

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-316909

(43)Date of publication of application : 02.12.1998

(51)Int.Cl.

C09D 11/00

B41J 2/01

B41M 5/00

C09B 67/46

C09C 1/56

(21)Application number : 09-129578

(71)Applicant : MITSUBISHI CHEM CORP

(22)Date of filing : 20.05.1997

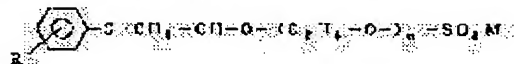
(72)Inventor : NAGAI KATSUTOSHI  
TAKIMOTO HIROSHI

## (54) AQUEOUS DISPERSION AND ITS PRODUCTION

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a pigment dispersion excellent in long-term dispersion stability, delivery stability and print quality by dispersing a pigment in an aqueous solution with the aid of a nonionic and anionic hydrophilic polymerizable surfactant and polymerizing the surfactant in the presence of an added polymerization initiator to fix the surfactant.

SOLUTION: A pigment, a nonionic and anionic hydrophilic polymerizable surfactant being desirably a compounds of the formula and optionally a monomer (e.g. acrylonitrile) copolymerizable with the polymerizable surfactant are added to and dispersed in an aqueous solution, and the entire is polymerized in the presence of an added polymerization initiator to obtain an aqueous dispersion of a pigment on which the polymerizable surfactant and optionally its copolymer are fixed. In the formula, R is H, a 1-12 C hydrocarbon residue; n is 2-20; M is an alkali metal, ammonium or an alkanolamine. The monomers copolymerizable with the polymerizable surfactant is exemplified by fumaronitrile and fumaric diesters.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-316909

(43)公開日 平成10年(1998)12月2日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	F I
C 0 9 D 11/00		C 0 9 D 11/00
B 4 1 J 2/01		B 4 1 M 5/00 E
B 4 1 M 5/00		C 0 9 B 67/46 B
C 0 9 B 67/46		C 0 9 C 1/56
C 0 9 C 1/56		B 4 1 J 3/04 1 0 1 Y
		審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平9-129578

(22)出願日 平成9年(1997)5月20日

特許法第30条第1項適用申請有り 平成9年5月10日  
社団法人高分子学会発行の「高分子学会予稿集46巻1  
号」に発表

(71)出願人 000005968

三菱化学株式会社  
東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72)発明者 長井 勝利

山形県米沢市下花沢2丁目6番61号

(72)発明者 滝本 浩

神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地  
三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(74)代理人 弁理士 長谷川 暁司

(54)【発明の名称】 水系ディスパーション及びその製造方法

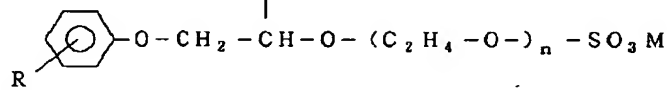
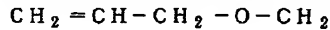
(57)【要約】

【課題】長期分散安定性、吐出安定性及び印字品位に優れた顔料の水系ディスパーションを提供する。

【解決手段】顔料の水系ディスパーションであって、該顔料がノニオン性及びアニオン性の両方の親水性を有する重合性界面活性剤並びに顔料を水溶液中に分散させた後、重合開始剤を添加し重合を行うことにより、該顔料に該重合性界面活性剤を固定化したものであることを特徴とする水系ディスパーション。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】顔料の水系ディスパーションであって、該顔料がノニオン性及びアニオン性の両方の親水性を有する重合性界面活性剤並びに顔料を水溶液中に分散させた後、重合開始剤を添加し重合を行うことにより、該顔料に該重合性界面活性剤を固定化したものであることを特\*



(式中、Rは水素原子又は炭素数1～12の炭化水素残基を表し、nは2～20の数を表し、Mはアルカリ金属原子、アンモニウム塩又はアルカノールアミンを表す。)

【請求項3】重合性界面活性剤及び顔料を水溶液中に分散させた後、該重合性界面活性剤と共重合するモノマーを添加し共重合を行うことにより、該顔料に該重合性界面活性剤の共重合体の固定化したものであることを特徴とする請求項1記載の水系ディスパーション。

【請求項4】重合性界面活性剤と共重合するモノマーが電子受容性モノマーである請求項1記載の水系ディスパーション。

【請求項5】重合性界面活性剤と共重合するモノマーがアクリロニトリル、フマロニトリル、フマル酸ジエステル類、マレイン酸ジエステル類、マレイミド類、及びシアン化ビニリデンから選ばれる少なくとも1種である請求項1記載の水系ディスパーション。

【請求項6】顔料がカーボンブラック、又は有機顔料である請求項1記載の水系ディスパーション。

【請求項7】湿式粉碎しながらあるいは湿式粉碎した後重合性界面活性剤の固定化を行うことを特徴とする請求項1記載の水系ディスパーションの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は顔料の水系ディスパーションに関し、特にインクジェット記録方式に適したインクに関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年人体に対する安全衛生性、あるいは環境に対する低負荷性の点から、特に塗料、インク、筆記具の分野では、有機溶剤に変えて水をベースとした商品の開発が盛んに行われている。このため、顔料を水中に安定に分散させる技術についても、研究が盛んである。一方パソコンの普及に伴って個人的使用に適したプリンターとして、インクジェットプリンターが爆発的に普及し始めている。ここで用いられるインクも上記の理由から水をベースとした物が殆どである。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】顔料を水中に安定に分

\* 微とする水系ディスパーション。

【請求項2】重合性界面活性剤が下記一般式(1)で示される化合物であることを特徴とする水系ディスパーション。

【化1】

(1)

散させるためには、分散剤を使用する方法が一般的であるが、この場合分散剤は、顔料表面に単に吸着しているだけであるため、分散体が、細いノズルを通して吐出される際、強いシアーがかかり、吸着した分散剤が離脱して分散性が劣化し、吐出が不安定になったりする傾向が認められる。あるいは長期に保存した場合、分散安定性が不十分であったり、その対策として分散剤の量を増やしたりすると、印字が滲んで、品位が低下したり、分散性が劣化する傾向にある。

【0004】このような問題点に対応するため、特開平8-319444号公報のように顔料微粒子の表面を酸化処理したり、特公平7-94634号公報、特開平8-59715号公報のように顔料微粒子をカプセル化したり、特開平5-339516号公報、特開平8-302227号公報、特開平8-302228号公報、特開平8-81647号公報のように顔料微粒子の表面に、ポリマーをグラフト重合したりすることが提案されているが、上記の問題点を完全には解決していない。特に特開平8-81647号公報の場合にはグラフト化カーボンブラックを水性媒体中、ボールミルにより粉碎するため、未グラフトの新しい不安定な表面が生成し、微粒子の凝集により分散性が劣化する。また、本公開特許によれば、グラフトが粒子表面の官能基から始まるため、官能基の少ない粒子ではグラフトが起こらないか、起こっても量が少ないため安定な分散系を形成できない。

【0005】更に、特開平5-320276号公報には、本願の一般式(1)の分散剤を繰り返し単位として有する両親媒性グラフトポリマーを用いて疎水性粉体をマイクロカプセル化する方法が提案されている。しかしながら、マイクロカプセル化に予め重合したポリマーを用いるとカプセル化後の粒子径が大きくなりすぎるという問題があった。

【0006】

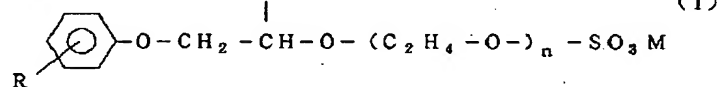
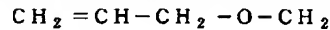
【課題を解決するための手段】本発明の目的は、長期の分散安定性、吐出安定性及び印字品位に優れた、顔料の水系ディスパーションを提供することである。すなわち本発明の要旨は、顔料の水系ディスパーションであって、該顔料がノニオン性及びアニオン性の両方の親水性を有する重合性界面活性剤並びに顔料を水溶液中に分散

させた後、重合開始剤を添加し重合を行うことにより、該顔料に該重合性界面活性剤を固定化したものであることを特徴とする水系ディスパージョン、に存する。

【0007】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。本発明の水系ディスパージョンは、顔料が水溶液中に安定に分散されたものである。重合性界面活性剤が表面に固定化した本発明の顔料は、微小かつ安定なカプセル化微粒子を形成している。その理由は明確でないが、重合性界面活性剤は、顔料微粒子の表面に吸着し、共重合体とする場合にはその吸着層に共重合するモノマーが溶解し、次いで重合開始剤が該吸着層に溶解し、重合または共重合してカプセルが形成されるものと考えられる。

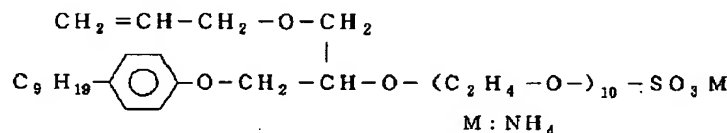
【0008】アニオン性及びノニオン性の両方の親水性を有する重合性界面活性剤は、顔料微粒子の表面に吸着\*



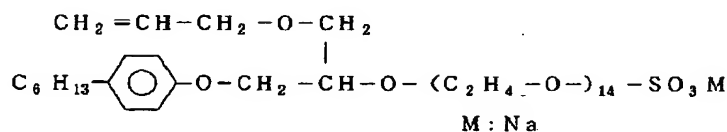
【0011】(式中、Rは水素原子又は炭素数1~12の炭化水素残基を表し、nは2~20の数を表し、Mはアルカリ金属原子、アンモニウム塩又はアルカノールアミンを表す。)

一般式(1)におけるRとnとをバランスさせることに※

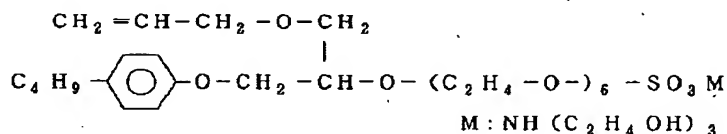
No 1



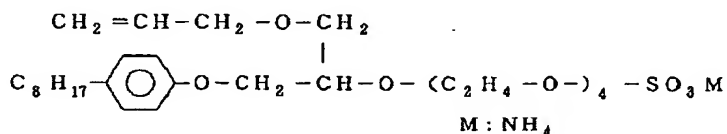
No 2



No 3



No 4



【0013】前記重合性界面活性剤は単独で用いてもよ 50 いが、2種以上を併用することもできる。重合性界面活

\*し、その後の重合条件下でも分散性が安定(即ち粒子同士の凝集を防止する)であるため、微小なカプセル化粒子が形成できるものと考えられる。又本発明によれば、粒子の表面に官能基がない場合でもカプセル化が可能であり安定な分散系が容易に得られる。

【0009】本発明で得られるカプセル化微粒子の分散性が良好な理由は、カプセル化することにより、分散剤が粒子表面に、単にファンデルワールス力により吸着している場合に比べ、より機械的に強固に固着するためと考えられる。本発明で用いられるアニオン性及びノニオン性の両方の親水性を有する重合性界面活性剤としては、下記一般式(1)で示されるものが好ましい。

【0010】

【化2】

※より、使用する顔料表面の親水性疎水性の度合いに対応させることが可能である。具体的には以下の化合物が挙げられる。

【0012】

【化3】

性剤と共重合するモノマーとしては重合性界面活性剤と共重合性の高い物であれば何でも良いが前記一般式

(1)の化合物に代表される本発明の重合性界面活性剤は電子供与性の高いモノマーであるため、電子受容性の高いモノマーが好適に用いられる。具体的にはアクリロニトリル、フマロニトリル、フマル酸ジブチルエステルのようなフマル酸ジエステル、及びマレイン酸ジブチルエステルのようなマレイン酸ジエステル、N-フェニルマレイミドのようなマレイミド類並びにシアン化ビニリデンなどが挙げられ、これらの内2種以上を併用することでもできる。

【0014】重合開始剤としては過硫酸カリウム（アンモニウム、ナトリウム）、2, 2' アゾビス（2メチルプロピオンアミジン）二塩酸塩、又は4, 4' アゾビス（4シアノ吉草酸）などが挙げられる。顔料としてはカーボンブラックの他、ペリノン系、キノフタロン系、ジケトピロロピロール系、キナクリドン系、アントラキノン系、ジオキサジン系、及びフタロシアン系などの有機顔料が用いられる。

【0015】重合性界面活性剤の顔料への固定化、すなわち顔料のカプセル化は、顔料及び重合性界面活性剤を水溶液に加え、超音波、ボールミルあるいはサンドグラインダーなどにより湿式粉碎した後、必要に応じて粉碎処理を続けながら、共重合するモノマーおよび/又は重合開始剤を加え、40～100℃で10～60時間重合反応させることにより行われる。顔料の添加量は水溶液に対して2～30重量%、好ましくは5～30重量%であり、重合時はできるだけ高濃度で処理し、その後必要に応じて希釈するのが工業的には有利である。

【0016】重合性界面活性剤の添加量は、顔料に対して、10～150重量%、好ましくは20～100重量%である。10%より少ないと安定な分散系が得られず、150%より多いと未吸着な重合性界面活性剤が生じてカプセル以外にポリマーが系中に生じて吐出を不安定にする。本発明の重合性界面活性剤は単独重合させることもできるが、共重合体にすることが好ましい。重合性界面活性剤と共重合するモノマーの添加量は、重合性界面活性剤に対し、2～15モル比好ましくは3～12モル比である。2モル比より少ないとカプセルが水溶性であり、分散安定性が不十分であり、15モル比より多いと重合性界面活性剤吸着層に溶解しきれず、系中に、水不溶性ポリマーが生成したり、相対的にイオン性反発基が少なくなるため、やはり分散安定性が低下する。

【0017】本発明の水系ディスパーションに用いられる水溶液は水を主体とするが、水に水溶性有機溶剤を添加して用いてもよい。特にインクジェット用記録液として用いる場合には、水に水溶性有機溶剤を添加して用いるのが好ましい。水溶性有機溶剤としてはエチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリ

エチレングリコール（#200、#300、#400）、グリセリン、上記グリコール類のアルキルエーテル類、N-メチルピロリドン、1, 3-ジメチルイミダゾリジノン、チオジグリコール、2-ピロリドン、スルホラン、ジメチルスルオキシド、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、エタノール、及びイソプロパノール等が挙げられる。

【0018】本発明の水系ディスパーションは、前記方法で作成されたカプセル化顔料微粒子を、遠心分離あるいは濾過により粗大粒子を除去したのち、使用目的に応じて、アルコール類、グリコール類、アミド類、などの水溶性有機溶媒、水溶性ポリマー、界面活性剤、防カビ剤などを添加して調整する。

【0019】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが、本発明は実施例に限定される物ではない。また、文中「部」は「重量部」を表す。

【0020】実施例1

カーボンブラック5部、前記No1の分散剤3部を水80部中に加え、超音波を4時間照射した。ついでアクリロニトリル 1.6部、さらに過硫酸カリウム 0.05部を添加し、60℃で48時間重合反応した。反応液を1μmのフィルターでこして粗大粒子を除去した。レーザードップラー式粒度分布計（商品名：MicrotracUPA、日機装（株）製品）を用いて平均粒子径を測定した結果0.27μmであった。前記反応液に、ジエチレングリコールを加えて100重量部とした記録液を、インクジェットプリンター（商品名：Desk Writer C、ヒューレットパッカード社製品）を用いて、電子写真用紙（商品名：Xerox4024紙、ゼロックス社製品）に、インクジェット記録を行った結果、目詰まりが無く、安定かつ良好な吐出を示し、品位の良好な印字物が得られた。

【0021】（印字濃度評価）上記の印字試験で得た印字物の濃度をマクベス反射濃度計（商品名：RD914）を用いて測定した。評価結果は下記第1表に示した。

（耐水性試験）印字試験で得た印字物をビーカーに取った水道水に5秒間浸漬した。浸漬後の印字物を乾燥後、字汚れの有無を目視評価した。結果は以下のように分類し、下記第1表に示した。

○ …… 字汚れほとんどなし  
△ …… かすかに字汚れあるが実用上問題なし  
× …… 字汚れが目立つ

【0022】（記録液の保存安定性試験）

①記録液をテフロン容器に密閉し、60℃で1ヶ月間保存した。ゲル化や沈澱物の有無を目視評価した。結果は以下のように分類し、下記第1表に示した。

○ …… ゲル化や沈澱物ほとんどなし  
△ …… かすかにゲル化や沈澱物がみられるが実用上

問題なし

× …… ゲル化や沈澱物が目立つ

②上記の60℃で1ヶ月間保存した記録液を室温にまで戻し、前記と同様の機器で同様に粒度分布を測定し、平均粒子径の値を下記第1表に示した。本実施例の記録液は、1ヶ月間保存後も平均粒子径の変化がほとんど無く、極めて安定な記録液であることがわかる。

#### 【0023】実施例2

C. I. Pigment Blue-15を6部及び前記分散剤No3を5部及び水70部を、ステンレス製攪拌機を備えた200mlのステンレス容器に加え、更に1mmのガラスビーズ70mlを加えて室温下10時間湿式粉碎した。ついでフマル酸ジブチルエステル2.7部及び過硫酸アンモニウム0.05部を加えて、70℃、24時間重合反応を行った。5μmのフィルターで、ガラスビーズ及び粗大粒子を除去した。実施例1と同様にして平均粒子径を測定した結果、0.16μmであった。この重合反応液にエチレングリコール10部、2-ピロリドン10部及び水を加えて200部とし\*

第1表

実施例No	濃度	耐水性	保存 安定性	平均粒子径	
				保存前	保存後
1	1.35	○	○	0.27	0.29
2	1.22	○	○	0.16	0.15
3	1.28	○	○	0.08	0.10

#### 【0026】

【発明の効果】本発明により長期分散安定性に優れた顔料の水系ディスパーションを得ることができる。また、

\*て記録液とした。実施例1と同様インクジェット記録を行い評価した結果を下記第1表に記す。

#### 【0024】実施例3

C. I. Pigment Red-122を4部及び前記分散剤No2を3部及び水70部を、ステンレス製攪拌機を備えた200mlのステンレス容器に加え、更に1mmのガラスビーズ70mlを加えて室温下10時間湿式粉碎した。ついでN-フェニルマレイミド1.4部及び2,2'-アゾビス(2-メチルプロピオンアミジン)二塩酸塩0.05部を加えて、60℃、36時間重合反応を行った。5μmのフィルターで、ガラスビーズ及び粗大粒子を除去した。実施例1と同様にして平均粒子径を測定した結果、0.08μmであった。この重合反応液にポリエチレングリコール(#200)10部及び水を加えて100部とし記録液とした。実施例1と同様インクジェット記録を行い評価した結果を下記第1表に記す。

#### 【0025】

#### 【表1】

30 本発明の水系ディスパーションを用いたインクジェット用記録液は吐出安定性と印字品位に優れている。



## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

 CLAIMS
 

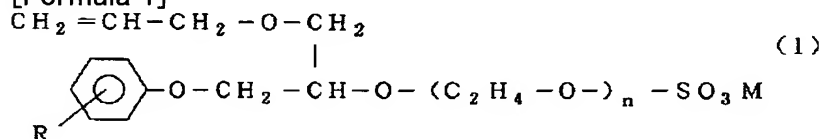
---

[Claim(s)]

[Claim 1] The drainage-system dispersion characterized by fixing this polymerization nature surfactant to this pigment by adding a polymerization initiator and performing a polymerization after distributing the polymerization nature surfactant and pigment with which it is the drainage-system dispersion of a pigment, and this pigment has Nonion nature and the hydrophilic property of anionic both in the aqueous solution.

[Claim 2] The drainage-system dispersion characterized by being the compound in which a polymerization nature surfactant is shown by the following general formula (1).

[Formula 1]



(R expresses a hydrogen atom or the hydrocarbon residue of carbon numbers 1-12 among a formula, n expresses the number of 2-20, and M expresses an alkali-metal atom, an ammonium salt, or an alkanolamine.)

[Claim 3] The drainage-system dispersion according to claim 1 characterized by fixing the copolymer of this polymerization nature surfactant to this pigment by adding the monomer which carries out copolymerization to this polymerization nature surfactant, and performing copolymerization after distributing a polymerization nature interface nature activator and a pigment in the aqueous solution.

[Claim 4] The drainage-system dispersion according to claim 1 whose monomer which carries out copolymerization to a polymerization nature surfactant is an electronic acceptability monomer.

[Claim 5] The drainage-system dispersion according to claim 1 it is [ dispersion ] at least one sort as which the monomer which carries out copolymerization to a polymerization nature surfactant is chosen out of acrylonitrile, fumaronitrile, boletic acid diesters, maleic-acid diesters, maleimide, and a cyanidation vinylidene.

[Claim 6] The drainage-system dispersion according to claim 1 whose pigment is carbon black or an organic pigment.

[Claim 7] The manufacture technique of the drainage-system dispersion according to claim 1 characterized by fixing the postpolymerization nature surfactant which carried out wet grinding while carrying out wet grinding.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] Especially this invention relates to the ink suitable for the ink-jet recording method about the drainage-system dispersion of a pigment.

[0002]

[Description of the Prior Art] In the field of coating, ink, and the writing implement, the development of the goods which changed into the organic solvent and used water as the base is especially performed briskly in recent years from the point of the safe sanitation nature to a human body, or the low load nature to an environment. For this reason, the research is prosperous also about the technique of making a pigment distributing underwater stably. As a printer which fitted individual use in connection with the spread of personal computers on the other hand, an ink jet printer is beginning to spread explosively. The object with which the ink used here also used water as the base from the above-mentioned ground is almost the case.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] a pigment -- underwater -- stable -- distributing -- making -- a sake -- \*\*\*\* -- a dispersant -- using it -- technique -- being general -- although -- this -- a case -- a dispersant -- a pigment -- a front face -- only -- adsorbing -- \*\*\*\* -- only -- a sake -- a dispersing element -- being thin -- a nozzle -- passing -- breathing out -- having -- the time -- being strong -- a shear -- starting -- having adsorbed -- a dispersant -- breaking away -- dispersibility -- deteriorating -- the regurgitation -- unstable -- becoming -- Or when are saved at a long period of time, and the distributed stability is inadequate or the amount of a dispersant is increased as the cure, a printing spreads, and quality falls or it is in the inclination that dispersibility deteriorates.

[0004] Since it corresponds to such a trouble, although oxidizing the front face of a pigment particle like JP,8-319444,A, encapsulating a pigment particle like JP,7-94634,B and JP,8-59715,A, or carrying out the graft polymerization of the polymer to the front face of a pigment particle like JP,5-339516,A, JP,8-302227,A, JP,8-302228,A, and JP,8-81647,A is proposed, the above-mentioned trouble is not solved completely. In order for a ball mill especially to grind graft-ized carbon black among an aquosity medium in the case of JP,8-81647,A, the unstable new front face of a non-graft generates, and dispersibility deteriorates by flocculation of a particle. Moreover, according to this open patent, by the grain with few functional groups, since a graft begins from the functional group on the front face of grain, even if a graft does not happen or it happens, since there are few amounts, a stable dispersed system cannot be formed.

[0005] Furthermore, the technique of carrying out the microencapsulation of the hydrophobic fine particles to JP,5-320276,A using the amphipatic property graft polymer which repeats the dispersant of the general formula (1) of this application, and it has as a unit is proposed. However, when the polymer which carried out the polymerization to the microencapsulation beforehand was used, there was a problem that the particle diameter after an encapsulation became large too much.

[0006]

[Means for Solving the Problem] The purpose of this invention is offering the drainage-system

dispersion of a pigment excellent in a distributed stability, a long-term regurgitation stability, and long-term printing quality. That is, the summary of this invention is the drainage-system dispersion of a pigment, and after distributing the polymerization nature surfactant and pigment with which this pigment has Nonion nature and the hydrophilic property of anionic both in the aqueous solution, it consists in the drainage-system dispersion characterized by fixing this polymerization nature surfactant to this pigment by adding a polymerization initiator and performing a polymerization.

[0007]

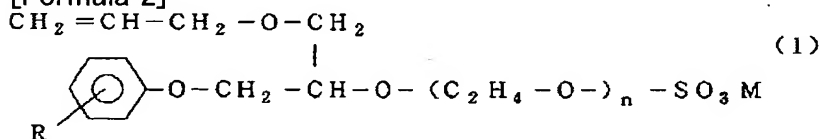
[Embodiments of the Invention] Hereafter, this invention is explained in detail. The drainage-system dispersion of this invention is distributed stably [ a pigment ] in the aqueous solution. The pigment of this invention which the polymerization nature surfactant fixed on the front face forms the minute and stable encapsulation particle. Although the ground is not clear, it sticks to a polymerization nature surfactant on the front face of a pigment particle, in considering as a copolymer, the monomer which carries out copolymerization to the adsorption layer melts, subsequently to this adsorption layer a polymerization initiator melts, and it is thought [ a polymerization or ] that copolymerization is carried out and a capsule is formed.

[0008] It sticks to the polymerization nature surfactant which has the hydrophilic property of both anionic and Nonion nature on the front face of a pigment particle, and since dispersibility is stability (that is, flocculation of grain is prevented) also under a subsequent polymerization condition, it is thought that minute encapsulation grain can be formed. Moreover, according to this invention, even when there is no functional group on the surface of grain, a dispersed system that it can encapsulate and stable is obtained easily.

[0009] The ground with the good dispersibility of the encapsulation particle obtained by this invention is considered because a dispersant fixes firmly more mechanically on a grain front face compared with the case where it is only adsorbing with Van der Waals force by encapsulating. As a polymerization nature surfactant which has the hydrophilic property of both anionic and Nonion nature which are used by this invention, what is shown by the following general formula (1) is desirable.

[0010]

[Formula 2]



[0011] (R expresses a hydrogen atom or the hydrocarbon residue of carbon numbers 1-12 among a formula, n expresses the number of 2-20, and M expresses an alkali-metal atom, an ammonium salt, or an alkanolamine.)

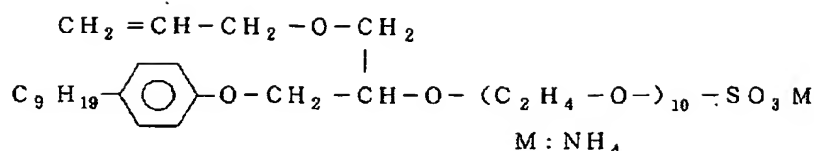
By making R and n in a general formula (1) balance, it is possible to make it correspond to the degree of the hydrophilic hydrophobic property on the front face of a pigment to use.

Specifically, the following compounds are mentioned.

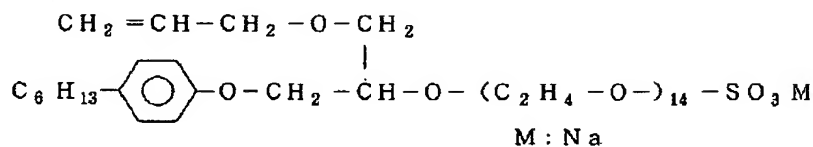
[0012]

[Formula 3]

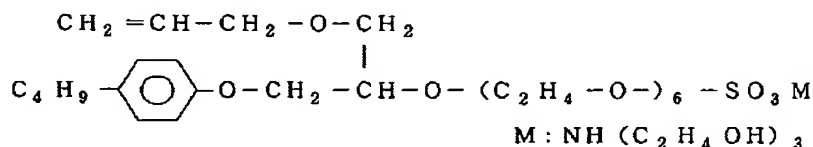
No 1



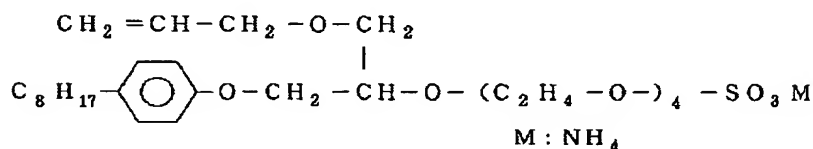
No 2



No 3



No 4



[0013] Although the aforementioned polymerization nature surfactant may be used independently, two or more sorts can also be used together. Since the polymerization nature surfactant of this invention represented by the compound of the aforementioned general formula (1) although it is good is an electron-donative high monomer anything if it is a polymerization nature surfactant and the high object of copolymerization nature as a monomer which carries out copolymerization to a polymerization nature surfactant, the high monomer of an electronic acceptability is used suitably. The maleimide like acrylonitrile, fumaronitrile, a boletic acid diester like boletic acid dibutyl ester and a maleic-acid diester like dibutyl-maleate ester, and N-phenyl maleimide, a cyanidation vinylidene, etc. are specifically mentioned, among these two or more sorts can also be used together.

[0014] As a polymerization initiator, azobis-(2 methyl propione amidine) 2 hydrochloride or potassium persulfate (ammonium, sodium), 2, and 2 '4, 4' azobis-(4 cyano valeric acid) is mentioned. As a pigment, organic pigments, such as an others and peri non system, a kino \*\*\*\*\* system, a diketo pyrrolo pyrrole system, a Quinacridone system, an anthraquinone system, a dioxazine system, a phthalocyanine system, etc., are used. [ carbon black ]

[0015] Continuing trituration processing if needed, after adding a pigment and a polymerization nature surfactant into the aqueous solution and carrying out wet grinding by the ultrasonic wave, the ball mill, or the Sand grinder, the fixation to the pigment of a polymerization nature surfactant, i.e., an encapsulation of a pigment, adds the monomer and/or polymerization initiator which carry out copolymerization, and it is performed by carrying out a polymerization reaction at 40-100 degrees C for 10 to 60 hours. The addition of a pigment is 5 - 30 % of the weight preferably two to 30% of the weight to the aqueous solution, and it is industrially advantageous to process by high concentration as much as possible, and to dilute after that if needed at the time of a polymerization.

[0016] The addition of a polymerization nature surfactant is 20 - 100 % of the weight preferably ten to 150% of the weight to a pigment. If [ than 150% ] more, if fewer than 10%, a stable dispersed system will not be obtained, but a polymerization nature surfactant [ \*\*\*\* / un- ] will

arise, a polymer will arise in a system in addition to a capsule, and the regurgitation will be made unstable. Although the polymerization nature surfactant of this invention can also be made to homopolymerize, it is desirable to make it a copolymer. The addition of the monomer which carries out copolymerization to a polymerization nature surfactant is 3 – 12 mole ratio preferably two to 15 mole ratio to a polymerization nature surfactant. If [ than 15 mole ratios ] more [ the capsule is water-soluble if fewer than 2 mole ratios, and the distributed stability is inadequate and ], it cannot melt in a polymerization nature surfactant adsorption layer, and into a system, since a water-insoluble nature polymer generates or an ionicity rebounding machine decreases relatively, a distributed stability falls too.

[0017] Although the aqueous solution used for the drainage-system dispersion of this invention makes water a subject, you may add and use the water-soluble organic solvent for water. When using as record liquid for ink jets especially, it is desirable to add and use the water-soluble organic solvent for water. As a water-soluble organic solvent, ethylene glycol, a propylene glycol, a butylene glycol, a diethylene glycol, a triethylene glycol, a polyethylene glycol (#200, #300, #400), a glycerol, the alkyl ether of the above-mentioned glycols, N-methyl pyrrolidone, 1, 3-dimethyl imidazolidinone, a thiodiglycol, 2-pyrrolidone, a sulfo run, a \*\*\*\*\* oxide, a diethanolamine, a triethanolamine, ethanol, an isopropanol, etc. are mentioned.

[0018] The drainage-system dispersion of this invention adds and adjusts water-soluble organic solvents, such as alcohols, glycols, and amides, a water-soluble polymer, a surfactant, an antifungal agent, etc. according to the purpose of use, after removing big and rough grain for the encapsulation pigment particle created by the aforementioned technique by centrifugal separation or filtration.

[0019]

[Example] Although an example is given to below and this invention is explained to it still in detail, this invention is not the object limited to an example. Moreover, the "section" expresses the "weight section" among a sentence.

[0020] The example 1 carbon-black 5 section and the dispersant 3 section of the above No1 were added into the water 80 section, and the ultrasonic wave was irradiated for 4 hours. Subsequently, acrylonitrile It is potassium persulfate further the 1.6 sections. The 0.05 sections were added and the polymerization reaction was carried out at 60 degrees C for 48 hours. The reaction mixture was exceeded with the 1-micrometer VCF, and big and rough grain was removed. It was 0.27 micrometers as a result of measuring a mean particle diameter using a laser-doppler formula particle-size-distribution meter (tradename:MicrotracUPA, Nikkiso Co., Ltd. product). About the record liquid which added the diethylene glycol to the aforementioned reaction mixture, and was made into 100 weight section, as a result of performing ink-jet record in an electrophotography form (tradename:Xerox4024 paper, Xerox Corp. product) using an ink jet printer (tradename:Desk Writer C , Hewlett-Packard product), there is no blinding, the stable and good regurgitation is shown, and the good printing object of quality was obtained.

[0021] (Printing concentration evaluation) The concentration of the printing object obtained by the above-mentioned printing examination was measured using the Macbeth reflection density meter (tradename:RD914). The evaluation result was shown in the 1st following table.

(Waterproof examination) It was under the city water which took to the beaker the printing object obtained by the printing examination for 5 seconds. Visual evaluation of the existence of character dirt was carried out after drying the printing object after immersing. The result was classified as follows and shown in the 1st following table.

O .... most character dirt -- nothing \*\* .. faint -- character dirt \*\*\*\* -- practically -- problem-less x .. [0022] in which character dirt is conspicuous (Store stability test of record liquid)

\*\* Record liquid was sealed in the Teflon container and saved for one month at 60 degrees C. Visual evaluation of the existence of gelation or a settlings was carried out. The result was classified as follows and shown in the 1st following table.

O .... gelation and most settlingss -- nothing \*\* .. although gelation and a settlings are seen faintly -- practically -- problem-less x .. The record liquid saved for one month at 60 degrees C of \*\* above at which gelation and a settlings are conspicuous was returned even to the room temperature, particle size distribution were similarly measured by the same device as the above,

and the value of a mean particle diameter was shown in the 1st following table. For one month, after a store does not almost have change of a mean particle diameter, and is known by that the record liquid of this example is very stable record liquid.

[0023] Example 2C.I.Pigment Wet grinding of the 1 moremm glass-bead 70ml was added and carried out [ be / under / stainless steel 200ml container / which Blue-15 were equipped with the six sections and the aforementioned dispersant No3, and was equipped with the stirring machine made from stainless steel for the five sections and the water 70 section ] adding / it ] for bottom 10 hours of a room temperature. Subsequently, the boletic acid dibutyl ester 2.7 section and the ammonium-persulfate 0.05 section were added, and 70 degrees C and the 24 hour polymerization reaction were performed. The 5-micrometer VCF removed a glass bead and big and rough grain. It was 0.16 micrometers as a result of measuring a mean particle diameter like an example 1. The ethylene glycol 10 section, the 2-pyrrolidone 10 section, and water were added to this polymerization reaction mixture, and it considered as the 200 sections, and considered as record liquid. The result which performed and evaluated ink-jet record like the example 1 is described in the 1st following table.

[0024] Example 3C.I.Pigment Wet grinding of the 1 moremm glass-bead 70ml was added and carried out [ be / under / stainless steel 200ml container / which Red-122 were equipped with the four sections and the aforementioned dispersant No2, and was equipped with the stirring machine made from stainless steel for the three sections and the water 70 section ] adding / it ] for bottom 10 hours of a room temperature. Subsequently, N-phenyl maleimide 1.4 section and 2, and 2' azobis -(2 methyl propione amidine) 2 hydrochloride The 0.05 sections are added and they are 60 degrees C, 36 hours. The polymerization reaction was performed. The 5-micrometer VCF removed a glass bead and big and rough grain. It was 0.08 micrometers as a result of measuring a mean particle diameter like an example 1. The polyethylene-glycol (#200) 10 section and water were added to this polymerization reaction mixture, and it considered as the 100 sections, and considered as record liquid. The result which performed and evaluated ink-jet record like the example 1 is described in the 1st following table.

[0025]

[Table 1]

第1表

実施例No	濃度	耐水性	保存 安定性	平均粒子径	
				保存前	保存後
1	1. 3 5	○	○	0. 2 7	0. 2 9
2	1. 2 2	○	○	0. 1 6	0. 1 5
3	1. 2 8	○	○	0. 0 8	0. 1 0

[0026]

[Effect of the Invention] The drainage-system dispersion of a pigment which was excellent in the long-term variance stability with this invention can be obtained. Moreover, the record liquid for ink jets using the drainage-system dispersion of this invention is excellent in a regurgitation stability and printing quality.

[Translation done.]